

Trennung von Zink und Eisen. Er schreibt zu diesem Zweck vor, mit Ammoniak fast zu neutralisiren, stark zu verdünnen, Chlorammonium zuzufügen und mit einer geringen Menge von oxalsaurem Ammon zu versetzen, damit bei der nun folgenden Fällung mittelst Schwefelwasserstoffs neben dem Schwefelzink kein oxalsaures Eisenoxyd niedergeschlagen wird.

Die von dem Verfasser angeführten Beleganalysen sind zufriedenstellend.

Zur Analyse des Bleisuperoxyds. L. Opificius*) löst Bleisuperoxyd oder Mennige in der Weise, dass er die zu untersuchende Substanz mit Salpetersäure von 1,2 specifischem Gewichte übergiesst und etwas chemisch reines metallisches Kupfer zugibt. Ohne dass Erwärmen nothwendig ist, löst sich in sehr kurzer Zeit das Bleisuperoxyd vollständig auf, sofern man öfter umschüttelt. Das Verfahren bietet den Vorthail, dass die Anwendung reducirend wirkender organischer Körper vermieden wird.

Zur Bestimmung von Kupfer und Arsen in Pyriten. Handelt es sich um die Bestimmung des Kupfers, so empfiehlt R. Nahnsen**) folgendermaassen zu verfahren: Von dem sehr fein pulverisirten, getrockneten Kiese werden 12,5 g in einem etwa 17 cm hohen, dünnwandigen Becherglase mit 10 cc Wasser und 1 cc starker Schwefelsäure übergossen. Unter Bedecken des Glases mit einer Porzellanschale fügt man nach und nach Salpetersäure vom specifischen Gewicht 1,4 so lange hinzu, bis kein Aufschäumen mehr erfolgt. Man lässt die Flüssigkeit bei ziemlich starker Flamme sieden, entfernt nach einigen Minuten die Porzellanschale, welche durch die von ihr condensirte Säure genügend abgespült ist, und setzt unter häufigem Umschwenken der allmählich sich verdickenden Flüssigkeit das lebhafte Sieden so lange fort, bis beim Umschwenken des Glases kaum noch ein Nachgeben der zähen Flüssigkeit stattfindet und über derselben gelbe Salztheile sich auszuschcheiden beginnen. Durch bereit gehaltenes warmes Wasser bringt man jetzt den Brei schnell in Lösung. Der ganze Vorgang nimmt bei einiger Uebung 10—15 Minuten in Anspruch.

Die erkaltete Lösung wird in einen 250 cc Kolben übergeführt, aufgefüllt und durch ein trockenes Filter filtrirt. 200 cc (= 10 g Kies)

*) Chemiker-Zeitung 12, 477.

**) Chemiker-Zeitung 11, 692.

der so von Kieselsäure und Blei befreiten Lösung werden einige Stunden mit einem lebhaften Schwefelwasserstoffstrome behandelt, so lange, bis der Niederschlag zusammengeballt ist und die Flüssigkeit durchsichtig erscheint. Man filtrirt und wäscht unter häufigem Ausquetschen des Niederschlages mittelst eines Glasstabes mit reinem Wasser aus; schwefelwasserstoffhaltiges Wasser ist hier wie überhaupt beim Auswaschen von Schwefelkupfer überflüssig, wenn man den Schwefelwasserstoff so lange hat wirken lassen, bis der Niederschlag sich leicht absetzt und die Flüssigkeit völlig hell erscheint.

Den auf dem Filter befindlichen Theil des Niederschlages spült man mit möglichst wenig heissem Wasser zu der Hauptmasse zurück und fügt so viel starke Schwefelnatriumlösung hinzu, dass die Flüssigkeit, nachdem sie zum Sieden erhitzt und einige Minuten im Sieden erhalten ist, keinen Schwefel mehr ungelöst zeigt. Man verdünnt mit heissem Wasser, lässt an einem warmen Orte klären, filtrirt die Lösung, welche das Arsen und Antimon enthält und von Kupfer völlig frei ist, ab und wäscht das Schwefelkupfer mit heissem Wasser aus. Spuren Schwefel-eisen, welche dem Schwefelkupfer stets noch anhaften — dieselben betrugen in zwei Fällen 0,02% vom Kies — zieht man durch heisses Wasser, dem einige Tropfen Salzsäure zugefügt werden, aus, wäscht chlorfrei und bestimmt das Kupfer als Kupfersulfür. Man prüft das Kupfersulfür auf einen Gehalt an Cadmium oder Wismuth, indem man es in Salpetersäure löst und die Lösung einige Zeit mit kohlensaurem Ammon in der Wärme behandelt. Der etwa entstandene Niederschlag wird als Oxyd gewogen und in Abrechnung gebracht.

Zieht man es vor, 25 g Kies statt 12,5 g zur Analyse zu verwenden, so wird die Ausführung der geschilderten Methode nach dem Verfasser nur unerheblich schwieriger und zeitraubender. Bei einem Gehalte der Pyrite von 3—5% Kupfer wird die Anwendung von 5 g Substanz ausreichen.

Zur Arsenbestimmung — ausschliesslich oder in Verbindung mit der Kupferbestimmung — verdrängt man in der mit Schwefelwasserstoff gesättigten Kieslösung den gelösten Schwefelwasserstoff durch Kohlensäure und zieht aus dem ausgewaschenen Niederschlage das Schwefelarsen durch Ammoniak aus. Die weitere Behandlung der Lösung kann nun nach 2 Methoden erfolgen, entweder maassanalytisch nach Leroy W. Mc. Cay*), oder gewichtsanalytisch nach B. Fischer**).

*) Chem. News 48, 7. — Diese Zeitschrift 25, 412.

**) Pharm. Ztg. 30, 786. — Chemiker-Zeitung 9, 1613.

Nach letzterem Verfahren wird die ammoniakalische Lösung mit Wasserstoffsuperoxyd oxydirt und die gebildete Arsensäure mit Magnesia-mixtur gefällt.

Eine charakteristische Reaction auf Wismuth theilt E. Léger*) mit.

Die Auflösung von Wismuthjodid in Jodkalium dient manchmal zum Nachweis gewisser Alkaloide, mit welchen sie orangefarbene Niederschläge liefert. Léger benutzt nun die umgekehrte Reaction zum Nachweis des Wismuths.

Das zu diesem Zweck bestimmte Reagens wird in der Weise bereitet, dass man Cinchonin in das salpetersaure Salz überführt, die Lösung gelinde erwärmt und nun Jodkalium zufügt.**)

Versetzt man eine Auflösung von salpetersaurem Wismuthoxyd mit obigem Reagens, so erhält man sofort einen orangefarbenen Niederschlag. Die Empfindlichkeit ist so gross, dass es noch gelingt, in einer Verdünnung 1:500000 das Wismuth nachzuweisen.

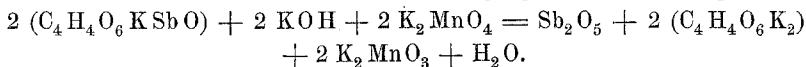
Bei Ausführung der Reaction muss man einen Ueberschuss des Reagenses zufügen und dafür Sorge tragen, dass Salpetersäure in keinem grossen Ueberschuss und Salzsäure und Schwefelsäure überhaupt nicht vorhanden sind.

Der entstehende Niederschlag ist in Alkohol löslich; Alkalien zersetzen ihn unter Entfärbung in Cinchonin, Jodkalium und Wismuthoxyd.

Zur maassanalytischen Bestimmung von Zinnoxidulverbindungen titrirt Adolf Jolles***) mittelst einer alkalischen Kaliummanganatlösung in der Weise, dass er zu einer abgemessenen Menge dieser letzteren Lösung von bekanntem Gehalt die zu bestimmende Zinnoxidulsalzlösung unter Umschütteln so lange hinzufügt, bis die grüne Farbe in die gelblichbraune übergegangen ist.

Es bildet sich zunächst vermuthlich eine lösliche Doppelverbindung, welche sich aber je nach der Concentration der Flüssigkeiten nach mehr oder weniger kurzer Zeit unter endlicher Abscheidung von Mangansuperoxyd zersetzt.

Als Titersubstanz für die Kaliummanganatlösung benutzt der Verfasser Brechweinstein. Der chemische Vorgang verläuft wie folgt:



*) Bull. de la société chimique de Paris **50**, 91.

**) Cinchonin 1 g, Jodkalium 2 g und 100 g destillirtes Wasser.

***) Chemiker-Zeitung **12**, 597.